

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-016842

(43)Date of publication of application : 17.01.2003

(51)Int.Cl.

H01B 5/14
B32B 7/02
B32B 9/00
H01B 13/00

(21)Application number : 2001-195700

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 28.06.2001

(72)Inventor : IIJIMA TADAYOSHI

(54) TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM, AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a film of low electrical resistance and manufacture high stability resistance value with the lapse of time being superior, by a coating method.

SOLUTION: This transparent conductive film has at least a transparent conductive layer 4 on a support body 1, and the conductive layer 4 is a compressed layer of conductive fine particulates and contains conductive fine particulates surface-treated with an inorganic material. The inorganic material is preferably a silicon compound. The compressed layer of the conductive fine particulates is provided, by applying a dispersion containing the conductive fine particulates surface-treated with the inorganic material on the support body, followed by drying to form a conductive fine particulate containing layer, and by compressing the conductive fine particulate-containing layer.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Best Available Copy

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-16842

(P2003-16842A)

(43) 公開日 平成15年1月17日 (2003.1.17)

(51) Int. Cl.	識別記号	F I	テームト* (参考)
H 0 1 B 5/14		H 0 1 B 5/14	A 4 F 1 0 0
B 3 2 B 7/02	1 0 3	B 3 2 B 7/02	1 0 3 5 G 3 0 7
9/00		9/00	A 5 G 3 2 3
H 0 1 B 13/00	5 0 3	H 0 1 B 13/00	5 0 3 B

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-195700 (P2001-195700)

(22) 出願日 平成13年6月28日 (2001.6.28)

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 飯島 忠良

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(74) 代理人 100100561

弁理士 岡田 正広

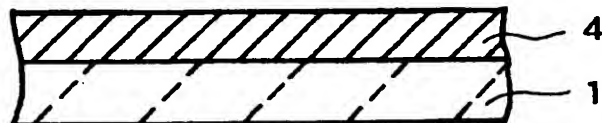
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明導電フィルム及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 塗布法による電気抵抗値が低く且つ電気抵抗値の経時安定性に優れた透明導電フィルムおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】 支持体1上に透明導電層4を少なくとも有し、透明導電層4は、導電性微粒子の圧縮層であり且つ無機物で表面処理された導電性微粒子を含む透明導電フィルム。前記無機物が珪素化合物であることが好ましい。前記導電性微粒子の圧縮層は、無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を支持体上に塗布、乾燥して導電性微粒子含有層を形成し、前記導電性微粒子含有層を圧縮することにより得られる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持体上に透明導電層を少なくとも有し、前記透明導電層は導電性微粒子の圧縮層であり且つ無機物で表面処理された導電性微粒子を含む、透明導電フィルム。

【請求項2】 前記無機物が珪素化合物である、請求項1に記載の透明導電フィルム。

【請求項3】 前記導電性微粒子の圧縮層は、無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を支持体上に塗布、乾燥して導電性微粒子含有層を形成し、前記導電性微粒子含有層を圧縮することにより得られたものである、請求項1又は2に記載の透明導電フィルム。

【請求項4】 前記導電性微粒子の圧縮層は、 4.4 N/mm^2 以上の圧縮力で圧縮することにより得られたものである、請求項1～3のうちのいずれか1項に記載の透明導電フィルム。

【請求項5】 前記導電性微粒子の圧縮層は、支持体とは剥離可能な状態で設けられている、請求項1～4のうちのいずれか1項に記載の透明導電フィルム。

【請求項6】 無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を支持体上に塗布、乾燥して導電性微粒子含有層を形成し、その後、前記導電性微粒子含有層を圧縮し、導電性微粒子の圧縮層を形成することを含む、透明導電フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透明導電層を有する透明導電フィルム及びその製造方法に関する。透明導電層は、エレクトロルミネッセンスパネル電極、エレクトロクロミック素子電極、液晶電極、透明面発熱体、タッチパネルのような透明電極として用いることができるほか、透明な電磁波遮蔽層として用いることができる。

【0002】

【従来の技術】現在、透明導電層は主にスパッタリング法によって製造されている。スパッタリング法は種々の方式があるが、例えば、真空中で直流または高周波放電で発生した不活性ガスイオンをターゲット表面に加速衝突させ、ターゲットを構成する原子を表面から叩き出し、基板表面に沈着させ膜を形成する方法である。スパッタリング法は、ある程度大きな面積のものでも、表面電気抵抗の低い導電フィルムを形成できる点で優れている。しかし、装置が大掛かりで成膜速度が遅いという欠点がある。今後さらに導電層の面積化が進められると、さらに装置が大きくなる。このことは、技術的には制御の精度を高めなくてはならないなどの問題が発生し、別の観点では製造コストが大きくなるという問題が発生する。また、成膜速度の遅さを補うためにターゲット数を増やして速度を上げているが、これも装置を大きくする要因となっており問題である。

【0003】塗布法による透明導電層の製造も試みられ

ている。従来の塗布法では、導電性微粒子がバインダー溶液中に分散された導電性塗料を基板上に塗布して、乾燥し、硬化させ、導電層を形成する。塗布法では、大面積の導電層を容易に形成しやすく、装置が簡便で生産性が高く、スパッタリング法よりも低コストで導電層を製造できるという長所がある。塗布法では、導電性微粒子同士が接触することにより電気経路を形成し導電性が発現される。しかしながら、従来の塗布法で作製された導電層は接触が不十分で、得られる導電層の電気抵抗値が高い（導電性に劣る）という欠点があり、その用途が限られてしまう。

【0004】従来の塗布法による透明導電層の製造として、例えば、特開平9-109259号公報には、導電性粉末とバインダー樹脂とからなる塗料を転写用プラスチックフィルム上に塗布、乾燥し、導電層を形成する第1工程、導電層表面を平滑面に加圧（ $5\sim 100\text{ kg/cm}^2$ ）、加熱（ $70\sim 180^\circ\text{C}$ ）処理する第2工程、この導電層をプラスチックフィルムもしくはシート上に積層し、熱圧着させる第3工程からなる製造方法が開示されている。この方法では、バインダー樹脂を大量に用いている（無機質導電性粉末の場合には、バインダー100重量部に対して、導電性粉末100～500重量部、有機質導電性粉末の場合には、バインダー100重量部に対して、導電性粉末0.1～30重量部）ため、電気抵抗値の低い透明導電層は得られない。

【0005】例えば、特開平8-199096号公報には、錫ドープ酸化インジウム（ITO）粉末、溶媒、カップリング剤、金属の有機酸塩もしくは無機酸塩からなる、バインダーを含まない導電層形成用塗料をガラス板に塗布し、 300°C 以上の温度で焼成する方法が開示されている。この方法では、バインダーを用いていないので、導電層の電気抵抗値は低くなる。しかし、 300°C 以上の温度での焼成工程を行う必要があるため、樹脂フィルムのような支持体上に導電層を形成することは困難である。すなわち、樹脂フィルムは高温によって、溶融したり、炭化したり、燃焼してしまう。樹脂フィルムの種類によるが、例えばポリエチレンテレフタレート（PET）フィルムでは 130°C の温度が限界であろう。

【0006】特許2994764号公報には、ITOの超微粒子粉を樹脂と共に溶剤中に分散させて成るペーストを樹脂フィルム上に塗布し、乾燥し、その後、スチールロールによって圧延処理を施すことからなる透明導電膜の製造法が開示されている。

【0007】特開平7-235220号公報には、ITO等の導電性微粒子を含み、バインダーを含まない分散液をガラス基板上に塗布し、ゆっくりと乾燥し、得られたITO膜上にシリカゾルからなるオーバーコート液を塗布し、次いで乾燥あるいは乾燥に続く焼成を行う方法が開示されている。同号公報によれば、シリカゾルからなるオーバーコート塗膜を乾燥させて硬化収縮させ、そ

の際の硬化収縮応力によって、ITO膜中のITO微粒子同士を強固に接触させる。ITO微粒子同士の接触が不十分であれば、導電フィルムの電気抵抗は高い。大きな硬化収縮応力を得るため、オーバーコート塗膜を150～180℃の高温で乾燥処理する必要がある。しかし、支持体が樹脂フィルムである場合には、このような高温により樹脂フィルムが変形してしまう。また、同号公報によれば、シリカゾルからなるオーバーコートは、導電膜とガラス基板との結合にも寄与する。すなわち、シリカゾルからなるオーバーコートによって導電膜の強度が得られる。しかし、オーバーコート液の塗布、硬化収縮を行わなければ、導電膜の電気抵抗が高い上に、膜の強度も低い。さらに、導電膜の光学特性を向上させ、表面抵抗を小さくするため、導電性微粒子の分散液をガラス基板上に塗布した後の乾燥をゆっくりと行う必要がある。シリカゾルからなるオーバーコート膜は、その膜厚が厚いとクラックが入ってしまう欠点がある。

【0008】また、タッチパネルなどのように導電層が露出するタイプの場合、湿度が高いと電気抵抗値が経時により上昇する場合がある。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】このような背景から、大面積の導電層を容易に形成しやすく、装置が簡便で生産性が高く、低コストで導電層を製造できるという塗布法の利点を生かしつつ、電気抵抗値の低い透明導電層が得られる方法の開発が望まれる。

【0010】そこで、本発明の目的は、塗布法による電気抵抗値が低く且つタッチパネルのような用途に用いた場合でも電気抵抗値の経時安定性に優れた透明導電フィルムおよびその製造方法を提供することにある。さらに、高温の加熱操作を必要とせず導電層を形成でき、均質で厚みむらのない導電層が得られる透明導電フィルムの製造方法、導電層の大面積化にも対応できる透明導電フィルムの製造方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】従来、塗布法において、バインダー樹脂を大量に用いなければ導電層を成膜できず、あるいは、バインダー樹脂を用いない場合には、導電性物質を高温で焼結させなければ導電層が得られないと考えられていた。ところが、本発明者は鋭意検討した結果、驚くべきことに、バインダーとしての役割を担わせるため樹脂を大量に用いることなく、かつ高温で焼結することもなく、導電性微粒子を圧縮することによって機械的強度があり且つ電気抵抗値が低い透明導電層が得られることを見いだした。

【0012】さらに、本発明者は、無機物で表面処理された導電性微粒子を用いると、高温高湿環境下であっても電気抵抗値の経時安定性に優れた透明導電フィルムが得られることを見いだした。

【0013】本発明は、支持体上に透明導電層を少なく

とも有し、前記透明導電層は導電性微粒子の圧縮層であり且つ無機物で表面処理された導電性微粒子を含む、透明導電フィルムである。前記無機物が珪素化合物であることが好ましい。

【0014】前記導電性微粒子の圧縮層は、無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を支持体上に塗布、乾燥して導電性微粒子含有層を形成し、前記導電性微粒子含有層を圧縮することにより得られる。前記導電性微粒子の圧縮層は、 4.4 N/mm^2 以上の圧縮力で圧縮することにより得られたものであることが好ましい。

【0015】本発明の透明導電フィルムにおいて、前記導電性微粒子の圧縮層は、支持体とは剥離可能な状態で設けられていることも好ましい。この透明導電フィルムを用いて、前記導電性微粒子の圧縮層を対象物体上に転写することができる。

【0016】また、本発明は、無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を支持体上に塗布、乾燥して導電性微粒子含有層を形成し、その後、前記導電性微粒子含有層を圧縮し、導電性微粒子の圧縮層を形成することを含む、透明導電フィルムの製造方法である。

【0017】前記方法において、前記導電性微粒子含有層を 4.4 N/mm^2 以上の圧縮力で圧縮することが好ましい。前記方法において、前記導電性微粒子含有層を前記支持体に変形しない温度で圧縮することが好ましい。前記方法において、前記導電性微粒子含有層をロールプレス機を用いて圧縮することが好ましい。

【0018】

【発明の実施の形態】図1は、本発明の透明導電フィルムの一例を示す断面図である。図1において、透明導電フィルムは、支持体(1)上に透明導電層(4)を有する。

【0019】本発明において、無機物で表面処理された導電性微粒子を含む分散液を導電性塗料として用いる。導電性微粒子としては、導電膜の透明性を損なうものでなければ特に限定されることなく、無機質の導電性微粒子や有機質の導電性微粒子のいずれをも用いることができる。通常、無機質の導電性微粒子を用いると良い。

【0020】本発明において、透明とは可視光を透過することを意味する。光の散乱度合いについては、導電フィルムの用途により要求されるレベルが異なる。本発明では、一般に半透明といわれるような散乱のあるものも含まれる。

【0021】無機質の導電性微粒子としては、酸化錫、酸化インジウム、酸化亜鉛、酸化カドミウム等があり、アンチモンドープ酸化錫(ATO)、フッ素ドープ酸化錫(FTO)、錫ドープ酸化インジウム(ITO)、アルミニウムドープ酸化亜鉛(AZO)等の微粒子が好ましい。更にITOがより優れた導電性が得られる点で好ましい。あるいは、ATO、ITO等の無機材料を硫酸バリウム等の透明性を有する微粒子の表面にコーティングしたものをを用いることもできる。これら微粒子の粒子

径は、導電フィルムの用途に応じて必要とされる散乱の度合いにより異なり、また、粒子の形状により一概には言えないが、一般に $1.0\mu\text{m}$ 以下であり、 $0.1\mu\text{m}$ 以下が好ましく、 $5\text{nm}\sim 50\text{nm}$ がより好ましい。

【0022】本発明において、導電性微粒子として、無機物で表面処理された導電性微粒子を用いる。本発明の効果を損なわない程度に、表面処理されていない導電性微粒子を併用することも可能である。表面処理に用いる前記無機物は、例えば珪素化合物である。具体的には、二酸化ケイ素 SiO_2 （僅かな酸素欠損のあるもの SiO_{2-x} ：例えば $\text{SiO}_{1.9}$ も含まれる）が挙げられる。

【0023】導電性微粒子の表面を無機物で処理することによって、圧縮形成された導電層の耐久性が向上し、高温高湿環境下においても電気抵抗値の経時安定性が得られる。導電性微粒子が表面処理されておらず、導電層の中に水分が侵入しやすいような層構成の場合には、高温高湿環境下においては水分に起因する電気抵抗値の上昇が見られる場合がある。

【0024】導電性微粒子を分散する液体としては、特に限定されることなく、既知の各種液体を使用することができる。例えば、液体として、ヘキサン等の飽和炭化水素類、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテル等のエーテル類、N、N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン（NMP）、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、エチレンクロライド、クロルベンゼン等のハロゲン化炭化水素等を挙げることができる。これらのなかでも、極性を有する液体が好ましく、特にメタノール、エタノール等のアルコール類、NMP等のアミド類のような水と親和性のあるものは、分散剤を使用しなくても分散性が良好であり好適である。これら液体は、単独でも2種以上の混合したものでも使用することができる。また、液体の種類により、分散剤を使用することもできる。

【0025】また、液体として、水も使用可能である。水を用いる場合には、支持体が親水性のものである必要がある。樹脂フィルムは通常疎水性であるため水をはじきやすく、均一な膜が得られにくい。支持体が樹脂フィルムの場合には、水にアルコールを混合するとか、あるいは支持体の表面を親水性にする必要がある。

【0026】用いる液体の量は、特に制限されず、前記導電性微粒子の分散液が後述する塗布方法に適した粘度を有するようにすればよい。例えば、前記微粒子100重量部に対して、液体100～100,000重量部程度である。前記微粒子と液体の種類に応じて適宜選択するとよい。一般的には、前記微粒子の粒径が小さくなるほど比

表面積が大きくなり、粘度が高くなりやすい。比表面積が大きい微粒子を用いる場合は、液体の量を多くして、固形分濃度を下げればよい。また、塗膜厚みが薄い場合も、液体の量を多くして、固形分濃度の低い塗布液を用いるとよい。

【0027】前記導電性微粒子の液体中への分散は、公知の分散手法により行うとよい。例えば、サンドグラインダーミル法により分散する。分散に際しては、微粒子の凝集をほぐすために、ジルコニアビーズ等のメディアを用いることも好ましい。また、分散の際に、ゴミ等の不純物の混入が起こらないように注意する。

【0028】前記導電性微粒子の分散液は、樹脂を含まないことが好ましい。すなわち、樹脂量＝0であることが好ましい。前記微粒子の分散液が樹脂を含まなければ、塗布により形成された（圧縮前の）導電性微粒子含有層も樹脂を含まない。

【0029】導電層においては、樹脂を用いなければ、樹脂によって導電性微粒子同士の接触が阻害されることがない。従って、導電性微粒子相互間の導電性が確保され、得られる導電層の電気抵抗値が低い。導電性を損なわない程度の量であれば、樹脂を含むことも可能であるが、その量は、従来技術におけるバインダー樹脂としての使用量に比べると非常に少ない。例えば、分散液中における樹脂の含有量の上限は、分散前の体積で表して、前記導電性微粒子の体積を100としたとき、19程度の体積である。従来技術においては、強い圧縮を行わないので、塗膜の機械的強度を得るためにバインダーを多く用いなければならなかった。バインダーとしての役割を果たす程度の量の樹脂を用いると、導電性微粒子同士の接触がバインダーにより阻害され、微粒子間の電子移動が阻害され導電性が低下する。高い導電性を得るという観点からは、分散液中における樹脂の含有量は、分散前の体積で表して、前記導電性微粒子の体積を100としたとき、3.7未満の体積とすべきであり、特に体積0が好ましい。

【0030】前記導電性微粒子の分散液には、導電性を低下させない範囲内で、各種の添加剤を配合してもよい。例えば、紫外線吸収剤、界面活性剤、分散剤等の添加剤である。

【0031】支持体としては、特に限定されることなく、樹脂フィルム、ガラス、セラミックス、金属、布、紙等の各種のものを用いることができる。しかしながら、ガラス、セラミックス等では、後工程の圧縮の際に割れる可能性が高いので、その点を考慮する必要がある。

【0032】支持体として、圧縮工程の圧縮力を大きくしても割れることがない樹脂フィルムが好適である。樹脂フィルムは軽量化を求められている用途にも好適である。本発明では、高温での加圧工程や、焼成工程がないので、樹脂フィルムを支持体として用いることができ

る。樹脂フィルムとしては、例えば、ポリエチレンテレフタレート（PET）等のポリエステルフィルム、ポリエチレンやポリプロピレン等のポリオレフィンフィルム、ポリカーボネートフィルム、アクリルフィルム、ノルボルネンフィルム（JSR（株）製、アートンなど）等が挙げられる。

【0033】前記導電性微粒子の分散液を前記支持体上に塗布、乾燥し、導電性微粒子含有層を形成する。前記支持体上への前記導電性微粒子の分散液の塗布は、特に限定されることなく、公知の方法により行うことができる。例えば、1000cps以上の高粘度の分散液の塗布は、ブレード法、ナイフ法などの塗布法によって行うことができる。500cps未満の低粘度の分散液の塗布は、バーコート法、キスコート法、スクイズ法などの塗布法によって行うことができ、又は噴霧、吹き付けなどにより、支持体上へ分散液を付着させることも可能である。さらに、分散液の粘度によらず、リバースロール法、ダイレクトロール法、エクストルージョンノズル法、カーテン法、グラビアロール法、ディップ法などの塗布法を用いることも可能である。

【0034】乾燥温度は分散に用いた液体の種類によるが、10～150℃程度が好ましい。10℃未満では空気中の水分の結露が起こりやすく、150℃を越えると樹脂フィルム支持体に変形する。また、乾燥の際に、不純物が前記導電性微粒子の表面に付着しないように注意する。液体として水を用いた場合でも、高温や減圧下で乾燥すれば微粒子表面に付着した水分も非常に少なくすることができる。

【0035】塗布、乾燥後の導電性微粒子含有層の厚みは、次工程の圧縮条件や、圧縮された後に最終的に得られる導電フィルムの用途にもよるが、0.1～10μm程度とすればよい。

【0036】このように、前記導電性微粒子を液に分散させて塗布し、乾燥すると、均一な膜を作成しやすい。前記導電性微粒子の分散液を塗布して乾燥させると、分散液中にバインダーが存在しなくても微粒子は膜を形成する。バインダーが存在しなくても膜となる理由は必ずしも明確ではないが、乾燥させて液が少なくなってくると毛管力のため、微粒子が互いに集まってくる。さらに微粒子であるということは比表面積が大きく凝集力も強いので、膜となるのではないかと考えている。しかし、この段階での膜の強度は弱い。また、導電層においては電気抵抗値が高く、電気抵抗値のばらつきも大きい。

【0037】次に、形成された導電性微粒子含有層を圧縮し、導電性微粒子の圧縮層を得る。圧縮することにより、膜の強度を向上させる。すなわち、圧縮することで導電性微粒子相互間の接触点が増え接触面が増加する。このため、塗膜強度が上がる。微粒子は元々凝集しやすい性質があるので圧縮することで強固な膜となる。また、圧縮することでヘイズが良くなる。

【0038】圧縮は44N/mm²以上の圧縮力で行うことが好ましい。44N/mm²未満の低圧であれば、導電性微粒子含有層を十分に圧縮することができず、導電性に優れた導電層が得られにくい。135N/mm²以上の圧縮力がより好ましく、180N/mm²の圧縮力が更に好ましい。圧縮力が高いほど、より導電性に優れた膜が得られ、また、導電膜の強度が向上し、導電膜と支持体との密着性も強固となる。圧縮力を高くするほど装置の耐圧を上げなくてはならないので、一般には1000N/mm²までの圧縮力が適当である。

【0039】また、圧縮を前記支持体に変形しない温度で行うことが好ましい。例えば、前記支持体が樹脂フィルムの場合、前記樹脂のガラス転移温度（二次転移温度）以下の温度範囲となる。前記支持体が金属製の場合、前記金属が溶融しない温度範囲となる。

【0040】圧縮は、特に限定されることなく、シートプレス、ロールプレス等により行うことができるが、ロールプレス機を用いて行うことが好ましい。ロールプレスは、ロールとロールの間に圧縮すべきフィルムを挟んで圧縮し、ロールを回転させる方法である。ロールプレスは均一に高圧がかけられ、シートプレスよりも生産性が良く好適である。

【0041】ロールプレス機のロール温度は生産性の点から常温（人間が作業しやすい環境）が好ましい。加温した雰囲気やロールを加温した圧縮（ホットプレス）では、圧縮圧力を強くと樹脂フィルムが伸びてしまうなどの不具合が生じる。加温下で支持体の樹脂フィルムが伸びないようにするため、圧縮圧力を弱くすると、塗膜の機械的強度が低下し、電気抵抗が上昇する。ロールプレス機で連続圧縮した場合に、発熱によりロール温度が上昇しないように温度調節することも好ましい。

【0042】前記導電性微粒子表面の水分の付着をできるだけ少なくしたいという理由がある場合に、雰囲気相対湿度を下げるために、加温した雰囲気としてもよいが、温度範囲はフィルムが容易に伸びてしまわない範囲内である。一般にはガラス転移温度（二次転移温度）以下の温度範囲となる。湿度の変動を考慮して、要求される湿度になる温度より少し高めの温度にすればよい。支持体が金属製であれば、この金属が溶融しない温度範囲まで、加温した雰囲気にすることも可能である。

【0043】なお、樹脂フィルムのガラス転移温度は、動的粘弾性を測定して求められ、主分散の力学的損失がピークとなる温度を指す。例えば、PETフィルムについて見ると、そのガラス転移温度はおおよそ110℃前後である。

【0044】ロールプレス機のロールは、強い圧力がかけられることから金属ロールが好適である。また、ロール表面が柔らかいと、圧縮時に微粒子がロールに転写することがあるので、ロール表面をハードクロムやセラミック溶射膜、TiNなどのイオンプレーティングにより得

た膜、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）等の硬質膜で処理することが好ましい。

【0045】このようにして、導電性微粒子の圧縮層が形成される。導電性微粒子圧縮層の膜厚は、用途にもよるが、0.05～10 μ m程度とすればよく、0.1～5 μ mが好ましく、0.1～3 μ mが更に好ましく、0.1～2 μ mが最も好ましい。

【0046】また、10 μ m程度の厚い圧縮層を得るために、導電性微粒子の分散液の塗布、乾燥、圧縮の一連の操作を繰り返し行っても良い。さらに、本発明において、支持体の両面に導電層を形成することも勿論可能である。

【0047】このようにして得られる透明導電層は、優れた導電性を示し、バインダー樹脂を用いないか又はバインダーとしては機能しない程の少量の樹脂を用いて作成したにもかかわらず、実用上十分な膜強度を有し、支持体との密着性にも優れる。さらに、導電性微粒子が無機物で表面処理されているので、高温高湿環境下においても導電性微粒子への水分の付着が起こったとしても内部の導電性成分そのものまでは達せず、導電層の電気抵抗値の経時安定性が得られる。

【0048】本発明においては、得られた導電性微粒子の圧縮層に透明物質を含浸させることも好ましい。得られた導電性微粒子の圧縮層は、多孔質の膜なので光の散乱を生じることがある。前記圧縮層に透明物質を含浸させることにより、光の散乱を減らすことができる。導電性微粒子の分散液中に最初から透明物質を添加して、透明物質を含む圧縮層を形成する場合とは異なり、電気抵抗の低い導電性微粒子の圧縮層を形成した後に圧縮層の間隙に透明物質を含浸させるので、得られる導電膜の電気抵抗は低いままである。

【0049】本発明において、透明物質を含浸させることは、多孔質の導電性微粒子の圧縮層の間隙に透明物質（あるいはその前駆体）を含む含浸液をしみ込ませ、その後適切な方法でしみ込ませた透明物質を固化させることである。あるいは、導電膜の用途によっては、含浸された液体がそのまま存在してもよい。

【0050】含浸させる透明物質として、特に限定されることがなく、有機ポリマー、有機ポリマーの中間体、オリゴマー、モノマーなどの物質が挙げられる。具体的には、フッ素ポリマー、シリコーン樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、再生セルロース、ジアセチルセルロース、ポリ塩化ビニル、ポリビニルピロリドン、ポリエチレン、ポリプロピレン、SBR、ポリブタジエン、ポリエチレンオキシド、ポリエステル、ポリウレタン等の有機ポリマーが挙げられる。これらの有機ポリマーの前駆体（モノマー、オリゴマー）を含浸させ、含浸後に紫外線処理や熱処理を行うことによってこれらの有機ポリマーに変換してもよい。また、含浸時点

で液状にできるものであれば、無機物やガラス等を用いることもできる。含浸液が高温になる場合には、支持体として高温の影響を受けにくいものを用いるとよい。

【0051】支持体として樹脂フィルムを用いた場合には、含浸させる透明物質として、支持体樹脂フィルムに影響を及ぼさない程度の低温で成膜可能な無機物も使用可能である。例えば、過酸化チタン、過酸化タンゲステン等を用いることもできる。過酸化チタンを水に溶解した含浸液を圧縮層上に塗布し、水を乾燥し、100℃程度で熱処理して酸化チタンとする。ゾルーゲル法により、金属アルコキシドの溶液を塗布して、100℃程度で熱処理して金属酸化物としても良い。ポリシラザンを用いても良い。また、シリコーンオイルのような液体を含浸させてもよい。含浸させる透明物質には、必ずしも硬化収縮の性質は必要ではなく、幅広い透明物質から選択可能である。支持体として金属やセラミックスを用いた場合には、溶融したガラスを含浸させてもよい。

【0052】含浸液は、透明物質又はその前駆体を適切な溶媒に溶解して得ることができる。この溶媒としては、特に限定されることがなく、公知の各種液体を使用することができる。例えば、ヘキサン等の飽和炭化水素類、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテル等のエーテル類、N、N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン（NMP）、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、エチレンクロライド、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類、水等が挙げられる。含浸しやすいように、含浸液の粘度を調整することが好ましい。

【0053】また、透明物質又はその前駆体が、モノマーやオリゴマーのように液体のものであれば、溶媒に溶解することなく、透明物質又はその前駆体をそのまま含浸液として用いることも可能である。あるいは、含浸しやすいように、適切な溶媒で希釈して含浸液としてもよい。

【0054】含浸液には、各種の添加剤を配合してもよい。例えば、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、着色剤等の添加剤である。

【0055】透明物質の含浸は、導電性微粒子の圧縮層の表面に前記含浸液を塗布して、あるいは前記含浸液に圧縮層を浸漬する等の方法で行うことができる。圧縮層は多孔質なので、含浸液は毛管力により間隙に入り込む。

【0056】前記導電性微粒子の圧縮層上への前記含浸液の塗布は、特に限定されることがなく、公知の方法により行うことができる。例えば、リバースロール法、ダイレクトロール法、ブレード法、ナイフ法、エクストルー

ジョンソズル法、カーテン法、グラビアロール法、パーコート法、ディップ法、キスコート法、スクイズ法などの塗布法によって行うことができる。また、噴霧、吹き付けなどにより、前記圧縮層上へ含浸液を付着させ、しみ込ませることも可能である。

【0057】前記含浸液を前記圧縮層の間隙にしみ込ませた後、適切な方法でしみ込ませた透明物質を固化させる。例えば、含浸後に溶媒を乾燥し透明物質を固化させる方法、含浸後に溶剤を乾燥し、有機ポリマー及び／又はモノマー及び／又はオリゴマーを紫外線処理や熱処理して硬化させる方法、含浸後に金属過酸化物又は金属アルコキシドを100℃程度までの温度で熱処理して金属酸化物とする方法などを適用すればよい。用いた透明物質に応じて、適切な方法を採用する。

【0058】前記導電性微粒子の圧縮層上への前記含浸液の塗布量は、導電膜の用途に応じて適宜選択される。例えば、導電膜の表面全体を電気的に接触可能な状態としたい場合には、前記圧縮層の間隙を満たす程度の塗布量とするとよい。前記圧縮層の間隙を満たす以上の塗布量として、含浸と同時に、前記圧縮層上へ透明物質の保護層を形成してもよい。この場合、保護層の厚みは、一般には0.1μm～100μm程度である。保護層の厚みによって、含浸液の塗布量を選択するとよい。

【0059】また、導電膜表面の所望の部分（通常は端部）に導通部を残しておきたい場合には、マスキング処理等により、前記保護層が形成されない部分を確保してもよい。あるいは、保護層形成後に、保護層の一部を除去してもよい。

【0060】このような透明物質の含浸によって、前記導電性微粒子の圧縮層表面の光の散乱が減少する。

【0061】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。

【0062】【実施例1】図2に示すように、支持体(1)上に硬い樹脂層(3)、透明導電層(4)及び感光性接着剤層(5)をこの順で有する転写用の導電フィルムを作成した。

【0063】（樹脂層の形成）硬い樹脂層として、シリコン樹脂を用いた。フレッセラN（松下電工製）のA液100重量部とB液300重量部を混合し、樹脂層用の塗布液とした。75μm厚のPETフィルム(1)（HSL、帝人デュポンフィルム製）にコロナ処理した後、フィルム(1)上に、前記塗布液を塗布、乾燥し、70℃、24時間で硬化させ、0.7μm厚のシリコン樹脂層(3)を形成した。

【0064】（透明導電層の形成）シリコン樹脂層(3)上に、珪素処理されたATO微粒子（一次粒径：10～30nm、SiO₂含量：2重量%）を用いて、厚み1.0μmのATO圧縮層(4)を形成した。操作を以

下に記載する。

【0065】前記ATO微粒子100重量部にエタノール300重量部を加え、メディアをジルコニアビーズとして分散機にて分散した。得られた塗液を前記樹脂層(3)上に、パーコーターを用いて塗布し、50℃の温風を送って乾燥した。このようにして、厚み1.7μmのATO含有塗膜を形成した。得られたフィルムを、圧縮前ATOフィルムと称する。

【0066】まず、圧縮圧力の確認のための予備実験を行った。一對の直径140mmの金属ロール（ロール表面にハードクロムめっき処理が施されたもの）を備えるロールプレス機を用いて、ロールを回転させず且つ前記ロールの加熱を行わないで、室温（23℃）にて前記圧縮前ATOフィルムを挟み圧縮した。この時、フィルム幅方向の単位長さ当たりの圧力は660N/mmであった。次に、圧力を解放し、圧縮された部分のフィルム長手方向の長さを調べたら1.9mmであった。この結果から、単位面積当たりに347N/mm²の圧力で圧縮したことになる。

【0067】次に、予備実験に使用したものと同様の前記圧縮前ATOフィルムを金属ロール間に挟み前記条件で圧縮し、ロールを回転させ5m/分の送り速度で圧縮した。このようにして、圧縮されたATOフィルムを得た。ATO圧縮層(4)の厚みは1.0μmであった。

【0068】（感光性接着剤層の形成）アクリル樹脂1BR-305（固形分：39.5%、大成化工（株）製）100重量部に、紫外線硬化型樹脂液SD-318（大日本インキ化学工業（株）製）92重量部、メチルエチルケトン184重量部を加えて、接着剤層用塗布液とした。まず、シリコン処理された剥離PETフィルムS314（帝人デュポンフィルム製）に接着剤層用塗布液を塗布、乾燥して剥離PETフィルム上に8μm厚の接着剤層を形成した。次に、前記ATO圧縮層(4)が形成されたフィルムと接着剤層が形成された剥離PETフィルムを、ATO圧縮層(4)と接着剤層が接するようにラミネートした。このようにして、ATO圧縮層(4)上に接着剤層(5)を形成し、転写用導電フィルムとした。図2においては、剥離PETフィルムの図示は省略されている。

【0069】（転写によるポリカーボネート板への導電層の付与）得られた転写用導電フィルムのシリコン剥離PETフィルムS314を剥がして、接着剤層(5)を露出させ、接着剤層(5)が1mm厚みのポリカーボネート板(6)に接するようにラミネーターにて貼り付けた。紫外線を照射して、接着剤層(5)を硬化させた。その後、支持体PETフィルム(1)を剥がした。シリコン樹脂層(3)と支持体(1)との密着性は、シリコン樹脂層(3)とATO圧縮層(4)との密着性よりも高く、シリコン樹脂層(3)は支持体(1)と共に剥がされた。ポリカーボネート板(6)上に露出したATO圧縮層(4)が形

成された。このようにして、図3に示すように、ポリカーボネート板(6)上に、接着剤層(5)を介して、ATO圧縮層(4)が付与された。

【0070】(電気抵抗の測定) ATO圧縮層(4)が付与されたポリカーボネート板を50mm×50mmの大きさに切断し、テストサンプルとした。テストサンプルの対角の位置にある角の2点にテスターをあてて電気抵抗を測定したところ、70kΩであった。また、テストサンプルを温度60℃、湿度90%の高温高湿雰囲気

10

に300時間保存した後に同様に電気抵抗を測定したところ、70kΩであった。

【0071】[比較例1] 珪素処理されたATO微粒子の代わりに表面処理されていないATO微粒子(一次粒径:10~30nm)を用いた以外は、実施例1と同様にして、転写用導電フィルムを作成した。得られた転写用導電フィルムを用いて、実施例1と同様に、ポリカーボネート板へATO圧縮層を付与した。

【0072】(電気抵抗の測定) ATO圧縮層が付与されたポリカーボネート板を50mm×50mmの大きさに切断し、テストサンプルとした。テストサンプルの対角の位置にある角の2点にテスターをあてて電気抵抗を測定したところ、70kΩであった。また、テストサンプルを温度60℃、湿度90%の高温高湿雰囲気

20

に300時間保存した後に同様に電気抵抗を測定したところ、

100kΩであった。

【0073】

【発明の効果】本発明によれば、導電性塗料を支持体に塗布後、圧縮するという簡便な操作で透明導電フィルムが得られる。本発明による透明導電フィルムは、導電性に優れ、透明性にも優れる。さらに、十分な機械的強度を有し、電気抵抗値の経時安定性に優れ長期間使用することが可能である。

【0074】また、本発明の方法によれば、導電膜の大面積化にも対応でき、装置が簡便で生産性が高く、低コストで透明導電フィルムを製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の透明導電フィルムの一例を示す断面図である。

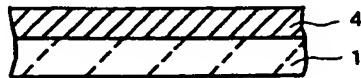
【図2】 本発明の透明導電フィルムの他の一例を示す断面図である。

【図3】 本発明の透明導電フィルムの導電層が転写により付与された物体の一例を示す断面図である。

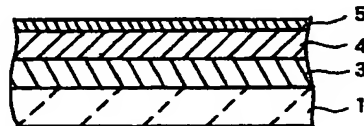
【符号の説明】

- (1) : 支持体
- (3) : 硬い樹脂層
- (4) : 透明導電層
- (5) : 接着剤層
- (6) : 対象物体

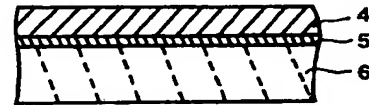
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4F100 AA01B AA20B AT00A DE01B
 EH46 EH462 EJ17 EJ17B
 EJ172 EJ86 EJ862 GB41
 JG01B JG04 JN01B YY00B
 5G307 FA02 FB01 FC01 FC02 FC03
 FC09
 5G323 BA02 BB02 BC03

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.